

JPAB

CLIPPEDIMAGE= JP362006426A  
PAT-NO: JP362006426A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 62006426 A  
TITLE: MAGNETIC RECORDING MEDIUM  
PUBN-DATE: January 13, 1987  
INVENTOR-INFORMATION:  
NAME  
HONDA, YUKIO  
FUTAMOTO, MASAOKI  
YOSHIDA, KAZUYOSHI  
KAMISAKA, YASUTARO  
ASSIGNEE-INFORMATION:  
NAME COUNTRY  
HITACHI LTD N/A  
APPL-NO: JP60144596  
APPL-DATE: July 3, 1985  
INT-CL\_(IPC): G11B005/66; G11B005/704  
US-CL-CURRENT: 428/694TS

ABSTRACT:

PURPOSE: To improve the magnetic characteristics of the tilte medium such as the degree of orientation of the C axis of a Co-base alloy thin film and saturation magnetic flux density and the coercive force in the vertical direction by forming the Co-base alloy thin film consisting of a columnar crystal having appropriate grain diameter on a nonmagnetic substrate.

CONSTITUTION: The first crystal grain-controlled film 4 consisting of Si, Ge, Sn or their alloys is provided on a Co amorphous magnetic thin film 5 of Co-Mo-Zr, Co-Mo-Nb, Co-W-Nb, Co-Nb-Zr, etc. The second crystal grain-controlled film 2 of hcp structure consisting of Ru, Sc, Y, Zn, etc., or an alloy contg. Ru, Sc, Y, Zn, Ti, etc., is formed on the film 4 and a Co-base alloy thin film is formed. Consequently, the Co-base alloy film consisting of columnar crystals having well-controlled and uniform grain diameter can be formed. The thicknesses of the first crystal grain-controlled film 4 and the second crystal grain-controlled film 2 are regulated to  $100 \sim 3,000 \text{ \AA}$ , and the thickness of the film consisting of columnar crystals having controlled grain diameter is controlled to  $150 \sim 3,000 \text{ \AA}$ . Consequently, the degree of orientation of the C axis of the magnetic thin film is ameliorated and the magnetic characteristics are improved.

COPYRIGHT: (C)1987,JPO&Japio

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-6426

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和62年(1987)1月13日

G 11 B 5/66  
5/704

7350-5D  
7350-5D

審査請求 未請求 発明の数 1 (全8頁)

⑮ 発明の名称 磁気記録媒体

⑯ 特 願 昭60-144596

⑰ 出 願 昭60(1985)7月3日

⑱ 発 明 者 本 多 幸 雄 国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内  
⑱ 発 明 者 二 本 正 昭 国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内  
⑱ 発 明 者 吉 田 和 悦 国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内  
⑱ 発 明 者 上 坂 保 太 郎 国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内  
⑲ 出 願 人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地  
⑳ 代 理 人 弁理士 中村 純之助

明 細 書

1. 発明の名称 磁気記録媒体

2. 特許請求の範囲

(1) 所定の基板上に、もしくは軟磁性薄膜を設けた上記の基板上に、磁性薄膜の柱状結晶粒徑制御膜を形成し、該柱状結晶粒徑制御膜の上に磁性薄膜を設けることを特徴とする磁気記録媒体。

(2) 磁性薄膜の柱状結晶粒徑制御膜は、Ru、Sc、Y、Znのうちから選ばれる1種の元素、もしくはRu、Sc、Y、Zn、Tiのうちから選ばれる2種以上の元素からなる稠密六方格子構造を有する柱状結晶粒徑制御膜であることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の磁気記録媒体。

(3) 磁性薄膜の柱状結晶粒徑制御膜は、稠密六方格子構造を有するCo、もしくはCo基合金であることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の磁気記録媒体。

(4) 磁性薄膜の柱状結晶粒徑制御膜は、Si、Ge、Snのうちから選ばれる1種以上の元素から

なる第1結晶粒制御膜および該第1結晶粒制御膜の上に、Ru、Sc、Y、Zn、のうちから選ばれる1種の元素、もしくはRu、Sc、Y、Zn、Tiのうちから選ばれる2種以上の元素からなる稠密六方格子構造を有する柱状結晶粒徑制御膜を第2結晶粒制御膜として形成させることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の磁気記録媒体。

(5) 磁性薄膜の柱状結晶粒徑制御膜は、Si、Ge、Snのうちから選ばれる1種以上の元素からなる第1結晶粒制御膜および該第1結晶粒制御膜の上に、稠密六方格子構造を有するCo、もしくはCo基合金からなる第2結晶粒制御膜を形成させることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の磁気記録媒体。

(6) 軟磁性薄膜は、Co系非晶質合金もしくは高透磁率非晶質合金からなることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の磁気記録媒体。

(7) Co系非晶質合金は、Co-Mo-ZrまたはCo-Mo-NbまたはCo-Nb-ZrもしくはCo-W-Nbであることを特徴とする特許請求の範

図第6項に記載の磁気記録媒体。

(8) 軟磁性薄膜がパーマロイからなることを特徴とする特許請求の範囲第4項または第5項に記載の磁気記録媒体。

(9) 磁性薄膜は、Co-Cr、Co-V、Co-Mo、Co-W、Co-Ru、Co-Re、Co-O、Co-Cr-Rh、Co-Cr-Ru、Co-Ni-Oのうちから選ばれる少なくとも1種からなることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の磁気記録媒体。

(10) 稠密六方格子構造を有する柱状結晶粒制御膜の膜厚の範囲は150~3000Åであることを特徴とする特許請求の範囲第2項または第3項に記載の磁気記録媒体。

(11) 第1結晶粒制御膜の膜厚の範囲は100~3000Åおよび第2結晶粒制御膜の膜厚の範囲は100~3000Åであることを特徴とする特許請求の範囲第4項または第5項もしくは第8項に記載の磁気記録媒体。

### 3. 発明の詳細な説明

-15, 1456 (1979) (IEEE, Trans, Magnetics, MAG-15, 1456 (1979)) における岩崎らの“垂直磁気記録媒体”(Perpendicular Magnetic Recording with Composite Anisotropy Film)と題する文献において論じられているように、磁気記録感度を上げるためにはCo基合金薄膜の下部にパーマロイなどの軟磁性材料の薄膜層を設けることが有効である。

現在、用いられている垂直磁気記録媒体は、ポリイミド、ポリエチレンフタレートなどのプラスチックフィルム類、あるいはAl、ガラス板などの非磁性基板上に、直接Co基合金薄膜を付着せしめるか、もしくは磁気記録の感度を向上させる目的から、上記の基板上にパーマロイなどの軟磁性薄膜層を介してCo基合金薄膜を形成せしめたものである。しかし、非磁性基板上に直接形成せしめたCo基合金薄膜のC軸配向度( $\Delta\theta_{||}$ )は、 $\Delta\theta_{||} = 8 \sim 9$ 度(°)程度であり、また柱状結晶粒径も全く制御されておらず、全く不揃いで高密度磁気記録用媒体としてはその性能特性が良く

### (発明の利用分野)

本発明は垂直磁気記録方式に適した磁気記録媒体に関する。

### (発明の背景)

垂直磁気記録方式は、磁気記録媒体膜面に垂直方向に磁気記録を行うものであり、高密度磁気記録に際して各ビット内の反磁界が小さいために磁気記録密度を上げるのに適した方式である。この目的のために使用される磁気記録媒体としては、Co-Cr、Co-V、Co-Mo、Co-W、Co-Ru、Co-Re、Co-O、Co-Cr-Rh、Co-Cr-Ru、Co-Ni-OなどのCo基合金薄膜を用いたものがある。これらの磁性薄膜を構成するCo基合金は稠密六方(h. c. p.)格子構造を持ち、薄膜を構成する微結晶粒がC軸配向し易いという特徴がある。そして、磁気記録特性を上げるためには、これらのCo基合金薄膜のC軸配向度を上げると共に、柱状晶微結晶粒の大きさを制御することが必要である。また、アイイーイー、トランス、マグネティックス、エムエイジ

ない。上記の磁性層であるCo基合金薄膜のC軸配向度を向上させる目的から、杉田らは、非磁性基板上にTiを蒸着し、その上に磁性層を設けるか、あるいは上記のTi薄膜層と磁性層との間にパーマロイの中間薄膜層を形成させる方法を提案している(特開昭58-77025号公報)。しかしながら、この方法によりC軸配向度として、 $\Delta\theta_{||} = 6 \sim 8$ °程度のCo基合金薄膜を得ることはできるが、さらに高密度磁気記録用媒体としては、より高い $\Delta\theta_{||}$ 値を必要とし、かつ適正な大きさに制御された柱状結晶粒径を有する薄膜でなければ磁気記録特性を向上させることができない。また、磁気記録の感度を上げるために磁性層であるCo基合金薄膜の下部に軟磁性薄膜層を設けた場合のCo基合金薄膜のC軸配向度は、非磁性基板上に直接形成させる場合よりも悪く、かつ薄膜の柱状結晶粒径を制御することが極めて困難であるという欠点があった。

### (発明の目的)

本発明の目的は、上述した従来技術の欠点を解

消したものであって、垂直磁気記録用媒体の垂直磁化膜として基板上に形成させるCo基合金薄膜の柱状結晶粒徑を制御する方法、ならびに非磁性基板上、あるいは軟磁性薄膜層を設けた非磁性基板上に、適正な大きさの柱状結晶粒徑を有するCo基合金薄膜を形成させることによって、Co基合金薄膜のC軸配向度を向上し、飽和磁束密度ならびに垂直方向の保磁力などの磁気特性に優れた高密度磁気記録に好適な垂直磁気記録媒体を提供することにある。

#### 〔発明の概要〕

本発明は、以下に示す知見に基づいて完成されたものである。すなわち、稠密六方格子構造（以下hcp構造という）のCoは、そのC軸方向に大きな結晶磁気異方性を有し、これにCr、V、Moなどの元素を添加して非磁性基板上にCo基合金薄膜を形成すれば、C軸を膜面に垂直方向に配向させた垂直磁化膜が得られる。このCo基合金薄膜の成長は、その薄膜を付着させる基板の表面状態によって大きく左右される。いま、非磁性基

板上に形成させたCo基合金薄膜の成長形態を電子顕微鏡による断面観察などにより調べると、薄膜の初期成長段階においては微結晶の集合体からなっており、薄膜が成長して膜厚が増加するにしたがって、hcp構造のC軸が膜面に垂直に配向した柱状結晶が形成される。したがって、Co基合金薄膜の柱状結晶粒徑は、薄膜の膜厚方向で変化している。薄膜成長の初期からCo基合金薄膜の柱状結晶粒徑を制御する方法として、基板とCo基合金薄膜との間に結晶粒制御膜を設けることが考えられる。その一つの方法として、Coと同じhcp構造を有するRu、Zn、Sc、Yなど、またはRu、Zn、Sc、Y、Tiなどを含む合金からなる結晶粒制御膜をあらかじめ非磁性基板上に形成しておき、このhcp構造の結晶粒制御膜上にCo基合金薄膜を形成させる方法が考えられる。この結晶粒制御膜としてRuを例にあげて説明すれば、Ruの(001)面における原子間距離は2.64Åであり、これに対しhcp構造のCoの(002)面における原子間距離は2.49Åであり、非常に近

い値を示している。このためCo基合金薄膜はRuの結晶粒制御膜上に、多少の結晶格子のミスマッチはあるものの結晶粒制御膜の結晶粒の大きさに対応してエピタキシャル成長し易いことになる。したがって、Co基合金薄膜の柱状結晶粒徑の制御性を向上せしめるためには、hcp構造を有する結晶粒制御膜の結晶粒を制御することが必要になってくる。この目的のために、本発明者らは、非磁性基板の表面温度を変化させて、上記のhcp構造を持った結晶粒制御膜を形成して、その柱状結晶粒の大きさを調べた結果、基板の温度に対応して結晶粒制御膜の柱状結晶粒徑の大きさを任意に制御することができ、その結晶粒制御膜の上にCo合金薄膜を形成させれば、結晶粒制御膜と同じ柱状結晶粒徑を持った薄膜を形成させることが可能であることを見出した。

また本発明者らは、Co合金薄膜の柱状結晶粒徑の制御性を向上させるためには、hcp構造の結晶粒制御膜を形成させる基板の表面状態を制御する必要があると考え、プラスチックやガラス、

Alなどの非磁性基板の表面に、まず非常に薄い非磁性材料からなる第1結晶粒制御膜を形成させ、ついで、その上にRuなどのhcp構造を持った第2結晶粒制御膜を形成させ、その結晶成長状態を電子顕微鏡によって調べた。薄い非磁性材料からなる第1結晶粒制御膜を形成させる目的は、柱状結晶粒徑が一様に揃ったRuなどのhcp構造を持った第2結晶粒制御膜の結晶が成長し易い下地表面状態を実現させるところにある。そして、第1結晶粒制御膜を形成する非磁性材料について検討した結果、Si、Ge、Sn、もしくはそれらの合金からなる薄膜を形成した上にRuなどのhcp構造を持った第2結晶粒制御膜を形成させると、この第2結晶粒制御膜の結晶が一様に揃って成長することを見出した。そして、非磁性材料であるSi、Ge、Sn、もしくはそれらの合金からなる第1結晶粒制御膜の上に形成させた第2結晶粒制御膜であるRu薄膜の柱状結晶粒徑の一様性は、基板の種類に関係なく、ほぼ一定の値になる傾向があり、この傾向は、Ru薄膜以外の他のh

o p 構造薄膜、例えば Sc、Y、Zn などの薄膜、または Ru、Sc、Y、Zn、Ti などを含む合金においても有効であることを確認した。また、第2結晶粒制御膜として、h o p 構造を有する極く薄い Co または Co 基合金薄膜を用いた場合においても同等の効果があつた。さらに、上記第1結晶粒制御膜および第2結晶粒制御膜を形成させる方法として、物理蒸着法である真空蒸着法、高周波スパッタリング法、イオンビームスパッタリング法のいずれの方法においても有効な結晶粒制御膜が形成できることを確認している。

さらに本発明者らは、垂直磁化膜である Co 基合金薄膜の下層に、Co 系の非晶質の軟磁性薄膜、例えば Co-Mo-Zr、Co-Mo-Nb、Co-W-Nb、Co-Nb-Zr などの非晶質軟磁性薄膜、または非晶質の高透磁率合金薄膜を形成させた磁気記録媒体においても、上述の結晶粒制御膜を形成させることにより Co 基合金薄膜の柱状結晶粒径を適正にしかも任意に制御できることを確認した。すなわち、Co 系の非晶質軟磁性薄膜の上に、

基合金薄膜を形成させると柱状結晶粒径の制御性の良い、磁気特性に優れた Co 基合金薄膜が形成できることになる。

本発明の磁気記録媒体における第1結晶粒制御膜である Si、Ge、Sn もしくはそれらの合金薄膜の膜厚は、100Å 未満では基板表面の影響の除去が不十分であるので、その膜厚は100Å 以上とする必要がある。膜厚が1μm 以上と大きくなっても柱状結晶粒径の制御効果は同じであるが、膜形成のための時間が長くなったり、あるいはプラスチックフィルム上に薄膜を形成する場合には膜にクラックが入り易くなるので、その膜厚は1μm 以下が望ましく、実用的にいて、さらに望ましい第1結晶粒制御膜の膜厚の範囲は150~3000Å である。また、第2結晶粒制御膜である h o p 構造の Ru、Sc、Y、Zn など、もしくはそれらの合金などは、上記第1結晶粒制御膜上において極めて成長し いたため、実用的に望ましい膜厚の範囲は100~3000Å である。

また、柱状結晶粒径の制御膜として、Ru、Sc、

Si、Ge、Sn もしくはそれらの合金からなる第1結晶粒制御膜を設け、さらに、その上に Ru、Sc、Y、Zn など、もしくは Ru、Sc、Y、Zn、Ti などを含む合金からなる h o p 構造の第2結晶粒制御膜を形成させた後に Co 基合金薄膜を形成させると、よりよく制御された一様な柱状結晶粒径をもった Co 基合金薄膜を形成できることを見出した。そして、X 線回折法で Si、Ge、Sn もしくはそれらの合金薄膜の結晶構造を調べた結果、いずれにおいても非晶質的であった。Si、Ge、Sn はダイヤモンド構造を持ち、4 面体配位を示し、最隣接原子間距離は、それぞれ 2.35Å、2.45Å、2.80Å である。この値は、h o p 構造の Ru、Sc、Y、Zn など、もしくは Ru、Sc、Y、Zn、Ti などを含む合金の最隣接原子間距離に近いために、柱状結晶粒径が一様に揃った C 軸配向性のよい薄膜が成長されるものと解釈できる。そして、この柱状結晶粒径の一様性に優れた h o p 構造の Ru、Sc、Y、Zn など、もしくは Ru、Sc、Y、Zn、Ti などを含む合金の薄膜上に Co

Y、Zn など、もしくはそれらの合金などの h o p 構造の薄膜のみを用いる場合においては、柱状結晶粒径の一様化をはかるための望ましい膜厚は150~3000Å の範囲である。

本発明の磁気記録媒体において、結晶粒制御膜の下層に設ける軟磁性薄膜は、Co 系非晶質軟磁性材料に限られることなく、高透磁率を有する他の非晶質合金薄膜であってもよい。

本発明の磁気記録媒体における結晶粒制御膜、Co 基合金磁性薄膜または非晶質軟磁性薄膜を形成する場合においては基板の温度ならびに薄膜形成速度を制御する必要がある。まず、h o p 構造を有する Ru、Sc、Y、Zn など、もしくはそれらの合金からなる結晶粒制御膜の柱状結晶粒径を制御する場合においては、基板の温度は100~300℃ の範囲が好ましく、基板の温度が100℃ 未満の

合には下地層との密性が悪くなり、300℃ を超えると基板の耐熱性に問題が生じ、また結晶の C 軸配向性が劣化するので好ましくない。また、第1結晶粒制御膜である Si、Ge、Sn もしくは

それらの合金からなる薄膜の形成においては、基板の温度が100℃未満では下地層との密着性が悪くなり、300℃を超えると多結晶化して、その上層に形成するh c p構造の第2結晶粒制御膜のC軸配向性を劣化させるので、100～300℃の温度範囲が好ましい。また、非晶質軟磁性薄膜を形成させる場合においては、基板の温度が100℃未満では下地層との密着性が低下し、400℃を超えると非晶質軟磁性薄膜材料の磁気特性が劣化するために、100～400℃の温度範囲が好ましい。そして、磁気記録媒体の垂直磁化膜であるCo基合金薄膜は、薄膜形成温度が100℃未満では下地層との密着性が悪く、高密度磁気記録に適した磁気特性（保磁力）を持った磁化膜の形成が困難となり、300℃を超えると結晶のC軸配向性が劣化するので、100～300℃の温度範囲が好ましい。

そして本発明の磁気記録媒体における結晶粒制御膜ならびにCo基合金磁性薄膜において、h c p構造の配向性を持たせるための薄膜形成速度は、1～3000 Å/sの範囲が好ましく、1 Å/s未満

では薄膜の形成速度が遅すぎるため、真空雰囲気中の残留ガス（ $O_2$ 、 $N_2$ 、 $CO$ 、 $CO_2$ 、 $H_2O$ など）と反応して結晶の配向性が劣化し、また3000 Å/sを超えると結晶粒が小さくなり過ぎ、かつ結晶粒径の制御が難しくなり、さらには蒸着装置が大型化するので好ましくない。

本発明の磁気記録媒体における薄膜の形成方法は、真空蒸着法、高周波スパッタリング法、イオンビームスパッタリング法などの物理蒸着法を用いることができ、また結晶粒制御薄膜の柱状結晶粒径の制御方法としては、上述の薄膜形成時の温度（基板温度）の制御および薄膜形成速度の調整の他に、例えばスパッタリング法で形成させる場合には、スパッタリングの出力やAr圧力などを変化させても結晶粒径の制御は可能である。

#### 〔発明の実施例〕

以下に本発明の一実施例を挙げ、図面を参照しながらさらに詳細に説明する。図において、同一符号を付したものは、同じ性能特性を有する部分を示す。

#### （実施例 1）

ポリイミドフィルムを基板にして、第1図に示すごとく、h c p構造のRuの結晶粒制御膜2を、基板1とCo-Cr磁性薄膜3との間に設けた構造の垂直磁気記録媒体を、以下に示す手順で作製した。

$2 \times 10^{-6}$  Torrの真空中で、基板1を110℃、140℃、170℃、200℃の各温度に加熱して、まずh c p構造の結晶制御膜2としてRuを10 Å/sの速度で300 Åの厚さに蒸着した。さらに、同一の真空容器中で基板温度を150℃に設定して、Co-23 wt（重量）% Crを100 Å/sの速度で2500 Åの厚さに蒸着しCo-Cr磁性薄膜3を形成させた。なお、比較例として、基板の温度を150℃に制御し、基板としてポリイミドフィルムを用い、その上に直接Co-23 wt% Crを、100 Å/sの速度で2500 Åの厚さに蒸着してCo-Cr磁性薄膜を形成させた。

第1表に、各条件におけるCo-Cr磁性薄膜の柱状結晶粒径（Å）とC軸配向度（ $\Delta\theta_{ss}$ （度））。

および磁気特性〔飽和磁束密度（emu/cc）および垂直方向の保磁力（Oe）〕の比較を示す。柱状結晶粒径はCo-Cr磁性薄膜断面の電子顕微鏡観察によって測定した。また、Co-Cr磁性薄膜の配向度は、X線回折のロッギング曲線の半値幅 $\Delta\theta_{ss}$ （度）によって評価した。 $\Delta\theta_{ss}$ の値が小さい程C軸配向性が良いことを示している。磁気特性は、VSM（振動試料型磁化測定装置）により測定した。

第 1 表

結晶粒制御膜特性	無し (比較例)	h c p構造のRu結晶粒制御膜の形成温度			
		110℃	140℃	170℃	200℃
Co-Cr磁性薄膜の柱状結晶粒径(Å)	100～600	100～200	200～400	400～600	600～800
Co-Cr磁性薄膜のC軸配向度( $\Delta\theta_{ss}$ (度))	10	7.4	7.4	7.5	7.6
飽和磁束密度(emu/cc)	320	325	320	330	325
垂直方向の保磁力(Oe)	600	620	625	630	610

第1表に示すごとく、h c p構造であるRuの結晶制御膜の形成温度を変化させることによって、Co-Cr磁性薄膜のC軸配向度( $\Delta\theta_{00}$ (度))と磁気特性である飽和磁束密度( $\sigma_{su}/cc$ )ならびに垂直方向の保磁力( $O_e$ )の値をほぼ一定に保った状態で、適正な任意の大きさの柱状結晶粒径をもったCo-Cr磁性薄膜を形成させることができた。

#### (実施例 2)

第2図に示すごとく、h c p構造のRuの結晶制御膜2の下層(基板1の上層)に、Co-Mo-Zr合金の非晶質軟磁性薄膜5を設けた垂直磁気記録媒体を、高周波スパッタリング装置により、基板温度150℃、Ar圧力5 m Torr、スパッタリングにおける高周波出力4 W/cm<sup>2</sup>の条件で、Co-0.2 at(原子)% Zr-0.7 at% Moからなる非晶質の軟磁性薄膜5を5000 Åの厚さに形成させた以外は上述の実施例1と同じ手順によって作製した。

この場合においても、実施例1における第1表に示した結果とほぼ同等の性能特性を得ることが

および磁気特性の比較を示す。

第 2 表

第2結晶粒制御膜(Ru)の 形成温度		110℃	140℃	170℃	200℃
特 性	第2結晶粒制御膜(Ru)の柱状 結晶粒径(Å)	100±50	300±50	500±50	700±50
	Co-Cr磁性薄膜の柱状結晶 粒径(Å)	100±30	300±30	500±30	700±30
	Co-Cr磁性薄膜のC軸配向度 ( $\Delta\theta_{00}$ (度))	5.1	5.3	5.2	5.3
	飽和磁束密度 ( $\sigma_{su}/cc$ )	320	325	330	310
	垂直方向の保磁力 ( $O_e$ )	620	625	630	615

第2表に示すごとく、Ruのh c p構造の第2結晶粒制御膜2の下層にGeの第1結晶粒制御膜4を設けることにより、第2結晶粒制御膜2の形成温度に対応して第2結晶粒制御膜2の柱状結晶粒径を制御することができ、その結果、Co-Cr磁性薄膜3の柱状結晶粒径も極めて制御性よく適正な任意の大きさにコントロールすることができた。また、第2結晶粒制御膜2の下層にGeの第1結晶粒制御膜4を設けることにより、Co-Cr

できた。

#### (実施例 3)

ポリイミドフィルムを基板にして、第3図に示すごとく、基板1とCo-Cr磁性薄膜3との間に、Geからなる第1結晶粒制御膜4と、さらにその上にRuからなるh c p構造の第2結晶粒制御膜2を形成せしめた構造の垂直磁気記録媒体を、以下に示す手順によって作製した。

$2 \times 10^{-6}$  Torrの真空中で基板1を180℃に加熱し、まず第1結晶粒制御膜4としてGeを10 Å/sの速度で、300 Åの膜厚に蒸着し、ついで、基板温度を110℃、140℃、170℃、200℃のそれぞれの温度に設定して、第2結晶粒制御膜2であるh c p構造のRuを、10 Å/sの速度で300 Åの膜厚に蒸着した。さらに同一の真空容器中で基板1の温度を150℃に設定して、Co-23 wt% Crを100 Å/sの速度で2500 Åの厚さに蒸着しCo-Cr磁性薄膜3を形成させた。

第2表に各条件におけるCo-Cr磁性薄膜の柱状結晶粒径(Å)とC軸配向度( $\Delta\theta_{00}$ (度))、

磁性薄膜3のC軸配向度も改善することができた。なお、Geの第1結晶粒制御膜4はX線回折により調べた結果、非晶質と認められた。

#### (実施例 4)

直径3インチのガラス基板を用いて、第4図に示すごとく、基板1の上に軟磁性薄膜5を形成し、その上に、第1結晶粒制御膜4、第2結晶粒制御膜2、さらにCo-Cr磁性薄膜3と順次形成させて、図に示す構造の垂直磁気記録媒体を、以下の手順によって作製した。

高周波スパッタリング装置を用いて、基板温度150℃、Ar圧力5 m Torr、スパッタリングにおける高周波出力4 W/cm<sup>2</sup>の条件で、Co-0.2 at% Zr-0.7 at% Moからなる非晶質の軟磁性薄膜5を5000 Åの厚さに形成した。さらに、この軟磁性薄膜5の上に、Ar圧力が3 m Torr、スパッタリングにおける高周波出力4 W/cm<sup>2</sup>の条件で、第1結晶粒制御膜4としてSiを500 Åの厚さに付着した。ついで、第2結晶粒制御膜としてZnを500 Åの厚さに付着し、さらにつづいて、Co-18

第 3 表

特性	結晶粒制御膜 (比較例)	第2結晶粒制御膜(Zn)の形成温度			
		90℃	120℃	150℃	180℃
Co-Cr磁性薄膜の 柱状結晶粒径 (Å)	80~500	110±30	250±30	350±30	550±30
Co-Cr磁性薄膜の C軸配向度 ( $\Delta\theta_{90}$ (度))	8~15	4.7	4.6	4.8	4.6
飽和磁束 密度 (emu/cc)	310	320	325	310	330
垂直方向の 保磁力 (Oe)	620	600	610	615	620

第3表から明らかなごとく、基板上に非晶質の軟磁性薄膜を形成し、その上に第1結晶粒制御膜および第2結晶粒制御膜を設けてCo-Cr磁性薄膜を形成させることにより、Co-Cr磁性薄膜のC軸配向度と磁気特性をほぼ一定に保ったままで、Co-Cr磁性薄膜の柱状結晶粒径を任意の大きさに制御することができた。

以上の実施例では、Co基合金磁性薄膜の一例として、Co-Cr磁性薄膜の場合について述べた

wt% CrをAr圧力3 m Torr、高周波出力8 W/cm<sup>2</sup>で2000 Åの厚さに付着した。以下、非晶質軟磁性薄膜5、Siの第1結晶粒制御膜4、Co-Cr磁性薄膜の形成温度は一定となし、第2結晶粒制御膜2の形成温度を、それぞれ90℃、120℃、150℃、180℃に変化させて、第4図に示す構造の垂直磁気記録媒体を作製した。なお、比較例として、本実施例と同様の条件で、第1結晶粒制御膜ならびに第2結晶粒制御膜を設けないCo-Cr磁性薄膜層を有する垂直磁気記録媒体を作製した。第3表に、Co-Cr磁性薄膜の柱状結晶粒径(Å)と、C軸配向度( $\Delta\theta_{90}$ (度))および磁気特性の比較を示す。

#### 以下余白

が、他のCo基合金磁性薄膜であるCo-Ru、Co-V、Co-Mo、Co-W、Co-Re、Co-O、Co-Cr-Rh、Co-Cr-Ru、Co-Ni-Oなどを用いても同等の効果を得ることができた。

また、hcp構造の結晶粒制御膜としては、上記の実施例で述べたRu、Zn以外にSc、Y、またはRu、Zn、Sc、Y、Tiを2種以上含む合金、もしくはCoまたはCo基合金を用いても同等の効果を得ることができた。また、第1結晶粒制御膜としてGe、Si以外にSn、もしくはGe、Si、Snを2種以上含む合金を用いても同じ効果が得られることを確認した。

さらに、軟磁性薄膜としては、Co-Mo-Zrの非晶質薄膜の他に、他のCo系非晶質薄膜、例えばCo-Mo-Nb、Co-W-Nb、Co-Nb-Zrなど、およびその他の高透磁率の非晶質材料であっても同等の効果を得ることができた。

#### (発明の効果)

以上詳細に説明したごとく、本発明の磁気記録媒体においては、垂直磁化膜であるCo基合金薄

膜を形成するに先だって、hcp構造のRu、Sc、Y、Znなど、もしくはそれらの合金、あるいはCoまたはCo基合金からなる結晶粒制御膜を設けるか、またはSi、Ge、Snもしくはそれらの合金からなる第1結晶粒制御膜と、さらに上記のhcp構造の結晶粒制御膜を第2結晶粒制御膜として設けることにより、その上に形成されるCo基合金磁性薄膜の柱状結晶粒径の制御性が向上し、その波及効果として磁性薄膜のC軸配向度が良くなり、その結果磁気特性(垂直方向の保磁力)が大幅に改善される。なお、この場合、下地層として軟磁性薄膜があっても、あるいは非磁性基板であっても有効であり、高密度磁気記録に適した垂直磁気記録媒体を得ることができ、工業上の利用価値は極めて大きい。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施例1における垂直磁気記録媒体の構造を示す断面図、第2図は実施例2における垂直磁気記録媒体の構造を示す断面図、第3図は実施例3における垂直磁気記録媒体の構造



を示す断面図、第4図は実施例4における垂直磁気記録媒体の構造を示す断面図である。

- 1…基板
- 2…hcp構造の結晶粒制御膜(第2結晶粒制御膜)
- 3…Co-Cr磁性薄膜
- 4…第1結晶粒制御膜
- 5…非晶質軟磁性薄膜

代理人 井理士 中村 純之助

図1

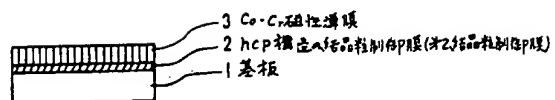


図2

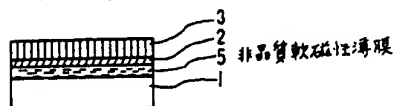


図3

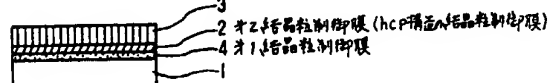


図4

